

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-255839

(43)公開日 平成5年(1993)10月5日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 2 3 C 14/24

7308-4K

F 2 7 B 14/04

7516-4K

審査請求 未請求 請求項の数5(全5頁)

(21)出願番号

特願平4-51112

(22)出願日

平成4年(1992)3月10日

(71)出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72)発明者 新宅 秀信

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器  
産業株式会社内

(72)発明者 鈴木 茂夫

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器  
産業株式会社内

(72)発明者 児玉 佳代子

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器  
産業株式会社内

(74)代理人 弁理士 小鍛冶 明 (外2名)

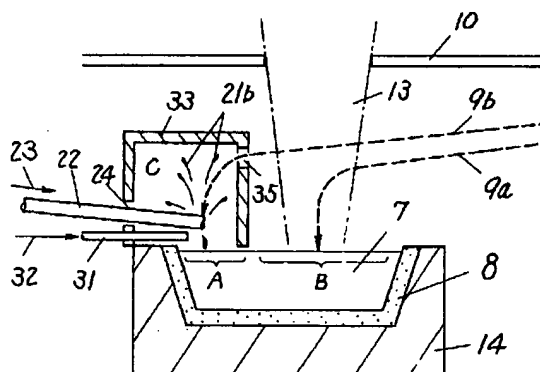
(54)【発明の名称】 薄膜の製造方法及び製造装置

(57)【要約】

【目的】 蒸着源溶湯の突沸によるスプラッシュを防止し、薄膜形成における歩留まり、生産性の向上を実現する。

【構成】 覆い壁33で囲まれた還元ガス雰囲気空間Cで、供給材料22を溶融し領域Aに滴下し供給しつつ、蒸発領域Bからの蒸気を基板に蒸着するものである。

【効果】 蒸着材料の脱ガスを加熱溶融段階の還元により高効率で行えるため、領域Bでの突沸を防止でき、蒸着膜上にスプラッシュが発生する事がない。



Best Available Copy

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】蒸着材料を加熱溶融し蒸発させて基板に薄膜を形成する際に、坩堝内の蒸着材料の溶湯に、供給蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融し前記供給蒸着材料中の脱ガスを行いつつ供給し、前記溶湯の蒸気を基板に蒸着することを特徴とする薄膜の製造方法。

【請求項2】蒸着材料を加熱溶融し蒸発させて基板に薄膜を形成する際に、坩堝内に収容された蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融しつつ、前記蒸着材料中の脱ガスを行なった後、前記溶融材料の蒸気を基板に蒸着することを特徴とする薄膜の製造方法。

【請求項3】坩堝内に収容された蒸着材料と、前記蒸着材料を加熱溶融し蒸発させる加熱手段と、前記加熱あるいは溶融された蒸着材料を還元する手段と、前記坩堝内の溶融した材料を攪拌する手段と、前記坩堝上方に設置され薄膜を形成される基板とを有することを特徴とする薄膜の製造装置。

【請求項4】攪拌手段が、坩堝内の溶融した供給される棒状の供給蒸着材料と、前記供給蒸着材料を回転あるいは揺動させながら坩堝内の溶湯に直接供給する手段とを有することを特徴とする請求項3記載の薄膜の製造装置。

【請求項5】坩堝内に収容された蒸着材料と、前記蒸着材料を加熱溶融し蒸発させる第1加熱手段と、前記坩堝内に供給される供給蒸着材料と、前記供給蒸着材料を加熱溶融させる第2加熱手段と、前記加熱手段により加熱溶融された供給蒸着材料を前記坩堝内へ導く流路内で還元し供給する手段と、前記坩堝上方に設置され薄膜を形成される基板とを有することを特徴とする薄膜の製造装置。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、真空蒸着によって薄膜を安定に形成するための製造方法及び製造装置に関するものであり、特に薄膜表面における異物と薄膜の組成が、その機能に重要な影響を及ぼす例えば高密度記録特性に優れた磁気記録媒体等の製造方法及び製造装置に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】従来から、長尺の高分子フィルムへ薄膜を形成して、コンデンサや磁気記録テープ、透明導電性シート等の素材となる機能性フィルムやまたは装飾用フィルムを作成するには、例えば、薄膜ハンドブック（日本學術振興会、薄膜第131委員会編、3編、42、オーム社刊）に示されているような巻き取り式蒸着装置が用いられる。

【0003】その概要を、磁気記録媒体の場合を例にあげて、図4を用いて説明する。尚、図4は主要部のみを示し、構造物を収納する真空チャンバ、中間ローラ等は、省略してある。

【0004】長尺の高分子フィルム1は、供給ロール2aから巻き出されて、矢印16の方向に回転する円筒状キャン3に、中間ローラ4、5によって所要巻付け角度 $\theta$ 巻き付けられキャン3の回転にともなって、駆動されて走行し、巻取りロール2bに巻き取られる。

【0005】蒸発源6は、ハース14と坩堝8及び蒸着材料7で構成され、加熱源は例えば公知の電子ビーム9aを発生させる電子ビーム発生装置11から構成されている。ハース14に設置された坩堝8に収容された蒸着材料は、電子ビーム9aにより加熱溶融され溶湯7aとなり蒸発し、その蒸気13の一部はマスク10の開口部12を通してキャン3に巻き付けられたフィルム1に、マスク10により設定された入射角で入射して付着し、薄膜を形成する。

【0006】この場合、図4に示すように低熱伝導率を有するセラミック系のハース14に蒸着材料より高い融点を有するセラミック系の坩堝8を設置し、断熱構造とすることで、低パワーでも高い蒸発速度を確保できるようにしてある。

##### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】このように真空蒸着法により高分子フィルム上に磁気記録媒体を構成し、媒体に磁気ヘッドにより記録再生する場合、媒体の平滑性特にヘッドとの間でスペーシング損失となるような異物がない事、あるいは磁気的特性が長尺に亘って維持されている事が必要とされる。

【0008】図4に示す様な従来例において生じる課題を、図5を用いて説明する。Coあるいは、CoCr合金等のCo基合金は、精錬段階でガス成分（例えば酸素）を除去されるが完全には除去されるものではなく、また、活性なCrや微量成分が酸化物となって材料中に酸素含有されるとともに、溶解前の材料表面にも不動態膜として酸化物が形成されている。

【0009】従ってこのような酸化物を有する蒸着材料を電子ビーム9aにより溶融していくと、蒸着材料より融点の高い酸化物は分解せずに、溶湯7内を漂うこととなる。そして、電子ビーム9aの照射された溶湯7の高温領域において、酸化物が分解され、溶湯7の内部で酸素ガスの気泡20を生成することとなる。この気泡20は溶湯7内を上昇し、溶湯7の表面で突沸現象を引き起こし、溶湯7を微細な飛沫として飛び散らせスブラッシュ21aを発生させるものであった。

【0010】上記溶湯7に含有する酸化物等は分解を続け時間とともに次第に減少していくが、溶湯7の量もへるため蒸着できる時間に限界がある。そこでより長時間の蒸着を行うために溶湯7に蒸着材料を常時供給しつつ蒸着を行う場合、その材料とともに含有する酸化物も溶湯7に供給されるため、常時前述同様に気泡が発生し突沸を生じ、スブラッシュを発生するものであった。

【0011】また、蒸着材料がCoとCrの場合、両成

分の蒸気圧が異なり蒸気組成を一定とするためには、溶湯の組成を一定とするよう材料を供給する必要がある、上記同様の現象が生じるものであった。

【0012】この現象により、磁気記録媒体の場合にはその表面に、このスプラッシュ21aが付着し、磁気ヘッドとのインタフェースにおいて記録抜け等の情報記録媒体として致命的な問題を生じさせるものであった。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本願発明は、蒸着材料を加熱溶融し蒸発させて基板に薄膜を形成する際に、坩堝内の蒸着材料の溶湯に、供給蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融し前記供給蒸着材料中の脱ガスを行いつつ供給し、前記溶湯の蒸気を基板に蒸着するものである。

【0014】あるいは、蒸着材料を加熱溶融し蒸発させて基板に薄膜を形成する際に、坩堝内に収容された蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融しつつ、前記蒸着材料中の脱ガスを行った後、前記溶融材料の蒸気を基板に蒸着するものである。

【0015】あるいは、坩堝内に収容された蒸着材料と、前記蒸着材料を加熱溶融し蒸発させる加熱手段と、前記加熱あるいは溶融された蒸着材料を還元する手段と、前記坩堝内の溶融した材料を攪拌する手段と、前記坩堝上方に設置され薄膜を形成される基板とを有するものである。

【0016】あるいは、坩堝内に収容された蒸着材料と、前記蒸着材料を加熱溶融し蒸発させる第1加熱手段と、前記坩堝内に供給される供給蒸着材料と、前記供給蒸着材料を加熱溶融させる第2加熱手段と、前記加熱手段により加熱溶融された供給蒸着材料を前記坩堝内へ導く流路内で還元し供給する手段と、前記坩堝上方に設置され薄膜を形成される基板とを有するものである。

【0017】

【作用】坩堝内の蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融するため、蒸着材料の内部あるいは表面に存在する酸化物を加熱溶融する際に還元し、酸素をガスとして放出させることで、蒸着材料の脱ガスを加熱溶融段階で行えるため、従来に比べ蒸着中に生じる溶湯の突沸現象を減少させることができ、スプラッシュによる表面欠陥のない薄膜を製造することができる。

【0018】さらに、溶湯の還元により脱ガスを行う際、溶湯を攪拌することにより、溶湯の還元を促進でき、より短時間で溶湯の脱ガスを十分に行うことができる。

【0019】また、坩堝内の蒸着材料の溶湯へ蒸着材料を供給する場合には、供給蒸着材料を還元雰囲気中で加熱溶融しつつ供給を行うことで、供給蒸着材料の内部あるいは表面に存在する酸化物を加熱溶融する際に還元し、酸素をガスとして放出させることで、供給蒸着材料の十分な脱ガスを供給の加熱溶融段階で行える。従っ

て、この場合においても、従来に比べ蒸着中に生じる溶湯の突沸現象を減少させることができ、スプラッシュによる表面欠陥の少ない薄膜を長時間に亘って安定に製造することができる。

【0020】さらに、加熱溶融された供給蒸着材料を、還元雰囲気中にある流路を通しつつ還元し坩堝内の溶湯へ供給することで、供給蒸着材料の脱ガスをこの流路を通過する間に完全に行える。

【0021】

【実施例】以下本発明を、Co基合金の磁気記録媒体を製造する場合に適用した実施例を、添付け図面に基づいて説明する。尚、従来例と同一または同等の機能を有する構成要素は同一番号を付け、詳細な説明を省略する。

【0022】図1は、本発明の一実施例における装置主要部の概略構成図である。図において、溶湯7bの表面を図中の供給領域A及び蒸発領域Bに分けて説明する。22は棒状の供給材料で、図示していない搬送手段に保持され、その供給先端部が供給領域Aの溶湯表面近傍に位置するよう矢印23の方向に搬送される。9aは蒸発領域Bを加熱する電子ビームで、9bは供給材料22を加熱溶融し供給領域Aに滴下する電子ビームである。33は供給領域Aの上方の空間Cを覆う壁で、還元ガスをこの空間Cに導入する還元ガス導入管が貫通して設置されるとともに、電子ビーム9b及び供給材料22が通り抜ける穴35および24が設けられている。

【0023】ここでの還元ガスには一酸化炭素あるいは水素等を用いている。また、蒸着材料7にCoあるいはCoCrを主成分とする材料、坩堝21としてマグネシアあるいはカルシアを用いている。

【0024】上記構成により、覆い壁33に覆われた空間Cに還元ガス導入管31内を矢印32に還元ガスを導入し、空間Cを還元雰囲気とすることができる。この空間Cにおいて、電子ビーム9bにより供給材料22の搬送されてきた先端部を加熱溶融すると、その際その部分に含有されていた酸化物が加熱および還元ガスにより還元（あるいは分解）し、酸素をガスとして放出する。この時、場合によっては、溶融した供給材先端で分解した酸素により突沸現象が生じ、スプラッシュ21bが発生することもあるが、このスプラッシュは覆い壁33に阻まれ基板まで到達することがないため問題とはならない。

【0025】このように供給材料22の内部あるいは表面に存在する酸化物を加熱溶融する際に還元し、酸素をガス（酸素、一酸化炭素、二酸化炭素、水等）として放出させることで、供給蒸着材料の十分な脱ガスを供給の加熱溶融段階で行える。従って、蒸着中に生じる溶湯の突沸現象を防止させることができ、スプラッシュによる表面欠陥の少ない薄膜を長時間に亘って安定に製造することができる。

【0026】尚、供給材料22に含有する酸化物が多い

場合には、図2に示す様にする事で蒸着領域Bでの突沸を防止することができる。すなわち、熔融された供給材料が還元ガスと接触する時間をより長く取り、また接触表面積を大きく取るため、図2に示すように、熔融滴下する材料36を、供給材料22の融点より高い温度に加熱された流路35に一旦滴下した後、図に示すような流路35を通じて溶湯7へ滴下するとよい。

【0027】さらに、蒸着材料が炭素を固溶しにくい場合には、この流路35を炭素で構成することで、流路35上を流れる熔融材料内の酸化物を、この炭素により還元することができ、より完全に脱ガスを行うことができる。

【0028】尚、場合によっては、加熱熔融された供給材料の先端で、あるいは流路36を流れる途中の熔融材料で、スプラッシュ21b、21cが生じることもあるが、前述と同様に、これらのスプラッシュは覆い壁33に阻まれ基板まで到達することがないため問題とはならない。

【0029】次に、他の実施例として、基板への蒸着を開始する前の段階で、坩堝の溶湯内の脱ガスを行う場合の実施例を図3を用いて説明する。

【0030】24は長方形断面を有する棒状補給材料で、矢印26の方向に回転しながら矢印25の方向に搬送手段(図示していない)により搬送され、坩堝8内の溶湯7が所定の量となるまで補給される。また、31は還元ガス導入管で、矢印32の方向へ還元ガスを送り、溶湯7の表面近傍空間を還元雰囲気空間Dとするものである。

【0031】上記構成により、蒸着の前段階でまず、還元ガスを導入管31から導入し還元雰囲気空間Dを形成し、この空間D内で坩堝8に収容された蒸着材料を電子ビーム9aにより加熱融解していく。熔融した蒸着材料は溶湯7となる際、内部に含有された酸化物が還元され、ガスを放出し溶湯7の脱ガスが行われる。

【0032】さらに、溶湯量を所定量とするよう補給材料を供給する際に、矢印25、26の方向に回転させながら搬送することで、溶湯7に蒸着材料24を補給しつつ、溶湯7を攪拌することができ、矢印27で示すような溶湯7a内部の流れを作ることができる。

【0033】これの流れにより、溶湯7a内部の酸化物が溶湯表面に出て、還元雰囲気空間Dで還元され易くなるため、きわめて短時間で脱ガスを行うことができる。

この際、図に示すようにスプラッシュ21dが生じることもあるが、蒸着前であるから問題とはならない。

【0034】従って、蒸着前の溶湯量を容易に所定の量にする事ができ、所定時間の蒸着が毎回可能となるとともに、きわめて短時間で脱ガスでき、蒸着時の突沸を防止できるため、高品質な薄膜の生産性向上を実現できるものである。

【0035】尚、上記の攪拌は、溶湯7aの温度で熔融せず、また溶湯7a材料と反応しない材料(例えば、マグネシア、カルシア等のセラミック材料)を用いて攪拌しても良いことは言うまでもない。

【0036】また、棒状の補給材料24の断面形状は、攪拌できる形状で有れば長方形に限るものではなく、円形であっても矢印26の回転運動中心から先の断面形状の図心をずらして取付け回転させることより、補給材料24先端を揺動させ攪拌することができる。

【0037】さらに、含有する酸化物などが少ない場合には、還元雰囲気での加熱溶解で十分に脱ガスできる場合には、攪拌までする必要が無いことも言うまでもない。

【0038】

【発明の効果】本発明によれば、蒸着材料中の脱ガスを短時間で完全に行え、短時間で蒸着を開始できるとともに、スプラッシュによる表面欠陥のない優れた蒸着膜が、長時間にわたり安定に製造できるため、著しい歩留まりおよび生産性の向上が実現できるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施例における薄膜の製造装置の概略構成図

【図2】同実施例装置において可能な他の形態の材料供給部の斜視図

【図3】本発明の他の実施例における薄膜の製造装置の概略構成図

【図4】従来の薄膜製造装置の概略構成図

【図5】同従来装置の説明図

【符号の説明】

7 溶湯

8 坩堝

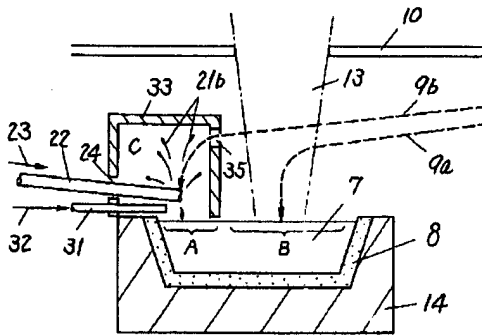
9a, b 電子ビーム

22 供給蒸着材料

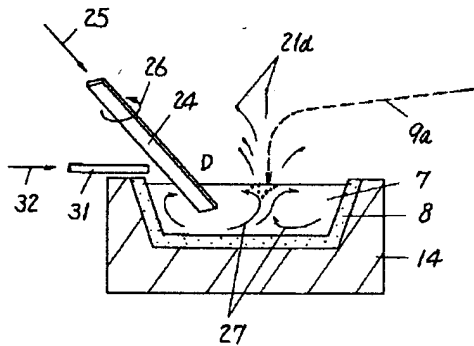
31 還元ガス導入管

33 覆い壁

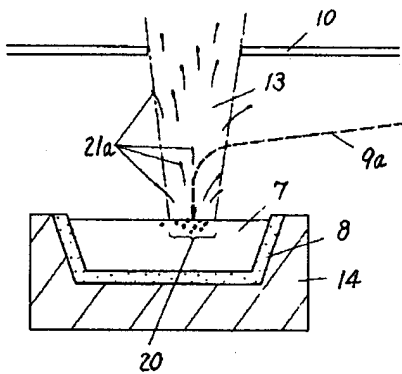
【図 1】



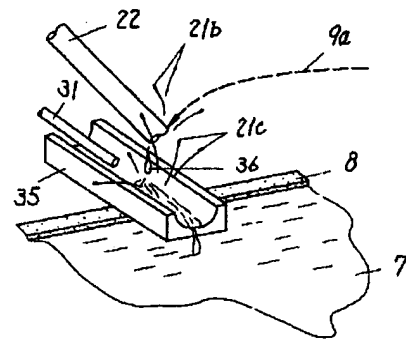
【図3】



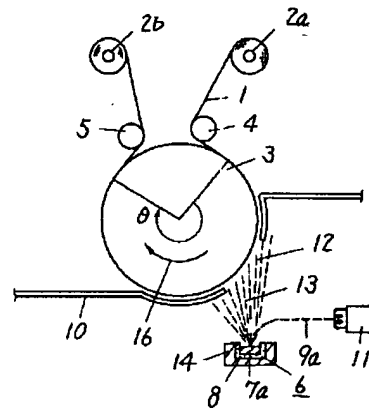
【図5】



【図 2】



【図 4】



**Best Available Copy**